

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-74936

(P2001-74936A)

(43)公開日 平成13年3月23日 (2001.3.23)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード*(参考)
G 0 2 B	5/30	G 0 2 B	5/30
B 0 5 D	1/36	B 0 5 D	1/36
	7/04		7/04
B 3 2 B	7/02	B 3 2 B	7/02
	23/08		23/08
	1 0 3		1 0 3

審査請求 未請求 請求項の数20 O L (全 14 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2000-187296(P2000-187296)

(22)出願日 平成12年6月22日(2000.6.22)

(31)優先権主張番号 特願平11-183769

(32)優先日 平成11年6月29日(1999.6.29)

(33)優先権主張国 日本 (J P)

(71)出願人 000001270

コニカ株式会社

東京都新宿区西新宿1丁目26番2号

(72)発明者 村上 隆

東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会  
社内

(72)発明者 小林 徹

東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会  
社内

(72)発明者 長谷川 光世

東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会  
社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 光学フィルム及びその製造方法

(57)【要約】

【課題】 透明樹脂フィルム上に片側に2層以上の透明樹脂層を形成する際に、塗布乾燥課程で発生する異物故障の発生を抑制した光学フィルム及びその製造方法を提供する。

【解決手段】 透明樹脂フィルム上に下層とその上に膜厚1.5μm以下の上層を塗設して少なくとも片側に2層以上の透明樹脂層を有する光学フィルムにおいて、上層の膜厚に相当する高さよりも大きな凸部が下層塗布面上に実質的に含まれないことを特徴とする光学フィルム及びその製造方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 透明樹脂フィルム上に下層とその上に膜厚 $1.5 \mu\text{m}$ 以下の上層を塗設して少なくとも片側に2層以上の透明樹脂層を有する光学フィルムにおいて、上層の膜厚に相当する高さよりも大きな凸部が下層塗布面上に実質的に含まれないことを特徴とする光学フィルム。

【請求項 2】 上層の膜厚に相当する大きさよりも大きな凸部もしくは異物の数が下層塗布面上に1個/ $\text{m}^2$ 以下であることを特徴とする請求項1記載の光学フィルム。

【請求項 3】 上層の膜厚に相当する大きさの粒子径よりも大きな異物の数が上層内に1個/ $\text{m}^2$ 以下であることを特徴とする請求項1又は2記載の光学フィルム。

【請求項 4】 上層用塗布組成物が、少なくとも活性線硬化樹脂と溶媒を含み、該上層用塗布組成物に含まれる溶媒が蒸発した後で、表面張力が $3.6 \times 10^{-3}\text{N}/\text{m}$ 以下である上層用塗布組成物を用いて塗設されたことを特徴とする求項1～3のいずれか1項記載の光学フィルム。

【請求項 5】 下層に微粒子を含むことを特徴とする請求項3又は4記載の光学フィルム。

【請求項 6】 透明樹脂フィルム上に下層とその上に膜厚 $1.5 \mu\text{m}$ 以下の上層を塗設して少なくとも片側に2層以上の透明樹脂層を有する光学フィルムにおいて、下層の塗布面の中心線表面粗さRaが $3.0 \text{ nm}$ 以下である下層に上層を塗設したことを特徴とする光学フィルム。

【請求項 7】 上層用塗布組成物が、少なくとも活性線硬化樹脂と溶媒を含み、該上層用塗布組成物に含まれる溶媒が蒸発した後で、表面張力が $3.6 \times 10^{-3}\text{N}/\text{m}$ 以下である上層用塗布組成物を用いて塗設されたことを特徴とする請求項6記載の光学フィルム。

【請求項 8】 透明樹脂フィルム上に下層とその上に膜厚 $1.5 \mu\text{m}$ 以下の上層を塗設して少なくとも片側に2層以上の透明樹脂層を有する光学フィルムにおいて、透明樹脂フィルム及びその塗布層に直径 $1.00 \mu\text{m}$ 以上の大さの異物故障の数が1個/ $\text{m}^2$ 以下であることを特徴とする光学フィルム。

【請求項 9】 下層に微粒子を含むことを特徴とする請求項6～8のいずれか1項記載の光学フィルム。

【請求項 10】 透明樹脂フィルムがセルローストリアセテートもしくはセルロース誘導体からなることを特徴とする請求項1～9のいずれか1項記載の光学フィルム。

【請求項 11】 透明樹脂フィルム上の少なくとも片側に2層以上の透明樹脂層を塗設する際に、下層塗布組成物を、上層の膜厚に相当する粒子径を有する粒子の捕捉効率が99%以上の濾過具により濾過し、この下層塗布組成物を用いて下層を塗布乾燥させた後、その上に膜厚 $1.5 \mu\text{m}$ 以下の上層を塗設することを特徴とする光学フィルムの製造方法。

10 【請求項 13】 透明樹脂フィルム上に下層とその上に膜厚 $1.5 \mu\text{m}$ 以下の上層を塗設して少なくとも2層以上の透明樹脂層を塗設する際に、上層用塗布組成物が、少なくとも樹脂と溶媒を含み、該上層用塗布組成物に含まれる溶媒が蒸発した後で、表面張力が $3.6 \times 10^{-3}\text{N}/\text{m}$ 以下である上層用塗布組成物を用いて塗設されたことを特徴とする請求項11又は12記載の光学フィルムの製造方法。

【請求項 14】 前記の上層用塗布組成物が少なくとも活性線硬化樹脂と溶媒を含み、塗布組成物の表面張力が $2.6 \times 10^{-3}\text{N}/\text{m}$ 以下でかつ該上層用塗布組成物に含まれる溶媒が蒸発した後で、表面張力が $3.6 \times 10^{-3}\text{N}/\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項13記載の光学フィルムの製造方法。

【請求項 15】 透明樹脂フィルムがセルローストリアセテートもしくはセルロース誘導体からなることを特徴とする請求項11～14のいずれか1項記載の光学フィルムの製造方法。

【請求項 16】 透明樹脂フィルム上に下層とその上に膜厚 $1.5 \mu\text{m}$ 以下の上層を塗設して少なくとも片側に2層以上の透明樹脂層を塗設する際に、上層の膜厚に相当する粒子径以上の大きさを有する異物が実質的に含まれないようにしたことを特徴とする下層の塗布組成物。

【請求項 17】 透明樹脂フィルム上に下層とその上に膜厚 $1.5 \mu\text{m}$ 以下の活性線硬化樹脂からなる上層を塗設して少なくとも片側に2層以上の透明樹脂層を塗設した光学フィルムを製造するための下層用塗布組成物において、上層の膜厚に相当する大きさの粒子径より大きな異物が5個/ $1.00 \text{ m}^2$ 以下としたことを特徴とする下層用塗布組成物。

【請求項 18】 透明樹脂フィルム上に下層とその上に膜厚 $1.5 \mu\text{m}$ 以下の上層を塗設して少なくとも片側に2層以上の透明樹脂層を塗設する際に用いられる上層用の塗布組成物において、塗布組成物に含まれる溶媒が蒸発した後の該塗布組成物の表面張力が $3.6 \times 10^{-3}\text{N}/\text{m}$ 以下であることを特徴とする上層用塗布組成物。

【請求項 19】 塗布組成物が少なくとも活性線硬化樹脂と溶媒からなり、該塗布組成物の表面張力が $2.6 \times 10^{-3}\text{N}/\text{m}$ 以下であり、かつ該塗布組成物から溶媒が蒸発した後の表面張力が $3.6 \times 10^{-3}\text{N}/\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項18記載の上層用塗布組成物。

【請求項 20】 2枚の透明樹脂フィルムで偏光膜をサンドイッチして作られた偏光板において、使用される透明樹脂フィルムのうち少なくとも一方が、請求項 1～10 項のいずれか 1 項記載の光学フィルムであることを特徴とする偏光板。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、光学用途に利用される光学フィルム及びその製造方法に関するものであり、特に偏光板用保護フィルム及びその製造方法に有用な光学フィルム及びその製造方法に関するものである。

##### 【0002】

【従来の技術】液晶ディスプレイ用偏光板保護フィルム、有機ELディスプレイ等に用いられる円偏光板の保護フィルムなどの光学用途に使用される透明樹脂フィルムでは、様々な機能を持たせるために透明樹脂層が塗設されている。例えば、帯電防止機能を持たせるための帯電防止層や、表面硬度を向上させるためのハードコート層、膜付き性を向上させるための下引き層、カールを防止するためのアンチカール層などである。上記透明樹脂フィルムにこのような透明樹脂層を塗設する際に、塗布、乾燥課程で異物故障が発生するという問題があった。ここで言う異物故障とは塗設された透明樹脂層に樹脂の固まりあるいは、はじきなどによって目視で故障として確認できるものなどを指している。特に光学用途に使用される透明樹脂フィルムでは異物故障の存在は商品価値を低下させてしまうため、その低減が求められていた。具体的には目視によって直径 100 μm に見える異物故障が 1 個/m<sup>2</sup>以下の光学フィルムが求められている。

##### 【0003】

【発明が解決しようとする課題】従って本発明の目的は、透明樹脂フィルム上に片側に 2 層以上の透明樹脂層を形成する際に、塗布乾燥課程で発生する異物故障の発生を抑制した光学フィルム及びその製造方法を提供することにある。

##### 【0004】

【課題を解決するための手段】本発明の上記目的は、下記構成により達成される。

(1) 透明樹脂フィルム上に下層とその上に膜厚 15 μm 以下の上層を塗設して少なくとも片側に 2 層以上の透明樹脂層を有する光学フィルムにおいて、上層の膜厚に相当する高さよりも大きな凸部が下層塗布面上に実質的に含まれないことを特徴とする光学フィルム。

(2) 上層の膜厚に相当する大きさよりも大きな凸部もしくは異物の数が下層塗布面上に 1 個/m<sup>2</sup>以下であることを特徴とする前記 1 記載の光学フィルム。

(3) 上層の膜厚に相当する大きさの粒子径よりも大きな異物の数が上層内に 1 個/m<sup>2</sup>以下であることを特徴とする前記 1 又は 2 記載の光学フィルム。

(4) 上層用塗布組成物が、少なくとも活性線硬化樹脂と溶媒を含み、該上層用塗布組成物に含まれる溶媒が蒸発した後で、表面張力が  $36 \times 10^{-3} \text{ N}/\text{m}$  以下である上層用塗布組成物を用いて塗設されたことを特徴とする前記 1～3 のいずれか 1 項記載の光学フィルム。

(5) 下層に微粒子を含むことを特徴とする前記 3 又は 4 記載の光学フィルム。

10 (6) 透明樹脂フィルム上に下層とその上に膜厚 15 μm 以下の上層を塗設して少なくとも片側に 2 層以上の透明樹脂層を有する光学フィルムにおいて、下層の塗布面の中心線表面粗さ R<sub>a</sub> が 30 nm 以下である下層上に上層を塗設したことを特徴とする光学フィルム。

(7) 上層用塗布組成物が、少なくとも活性線硬化樹脂と溶媒を含み、該上層用塗布組成物に含まれる溶媒が蒸発した後で、表面張力が  $36 \times 10^{-3} \text{ N}/\text{m}$  以下である上層用塗布組成物を用いて塗設されたことを特徴とする前記 6 記載の光学フィルム。

(8) 透明樹脂フィルム上に下層とその上に膜厚 15 μm 以下の上層を塗設して少なくとも片側に 2 層以上の透明樹脂層を有する光学フィルムにおいて、透明樹脂フィルム及びその塗布層に直径 100 μm 以上の大さの異物故障の数が 1 個/m<sup>2</sup> 以下であることを特徴とする光学フィルム。

(9) 下層に微粒子を含むことを特徴とする前記 6～8 のいずれか 1 項記載の光学フィルム。

(10) 透明樹脂フィルムがセルローストリアセテートもしくはセルロース誘導体からなることを特徴とする前記 1～9 のいずれか 1 項記載の光学フィルム。

20 (11) 透明樹脂フィルム上の少なくとも片側に 2 層以上の透明樹脂層を塗設する際に、下層塗布組成物を、上層の膜厚に相当する粒子径を有する粒子の捕捉効率が 99% 以上の濾過具により濾過し、この下層塗布組成物を用いて下層を塗布乾燥させた後、その上に膜厚 15 μm 以下の上層を塗設することを特徴とする光学フィルムの製造方法。

(12) 透明樹脂フィルム上に微粒子を含む下層とその上に上層を塗設して少なくとも片側に 2 層以上の透明樹脂層を塗設する際に、上層膜厚に相当する粒子径を有する粒子の捕捉効率が 99% 以上で、かつ下層塗布組成物中に添加された微粒子分散物の体積平均粒子径 + 3 SD に相当する粒子径の粒子の捕捉効率が 30% 以下となる濾過具により濾過した下層塗布組成物を、塗布乾燥させ、その上に上層を塗設することを特徴とする光学フィルムの製造方法。

(13) 透明樹脂フィルム上に下層とその上に膜厚 15 μm 以下の上層を塗設して少なくとも 2 層以上の透明樹脂層を塗設する際に、上層用塗布組成物が、少なくとも樹脂と溶媒を含み、該上層用塗布組成物に含まれる溶媒が蒸発した後で、表面張力が  $36 \times 10^{-3} \text{ N}/\text{m}$  以下である上層用塗布組成物を用いて塗設されたことを特徴

とする前記 1 1 又は 1 2 記載の光学フィルムの製造方法。

(14) 前記の上層用塗布組成物が少なくとも活性線硬化樹脂と溶媒を含み、塗布組成物の表面張力が  $26 \times 10^{-3} N/m$  以下でかつ該上層用塗布組成物に含まれる溶媒が蒸発した後で、表面張力が  $36 \times 10^{-3} N/m$  以下であることを特徴とする前記 1 3 記載の光学フィルムの製造方法。

(15) 透明樹脂フィルムがセルローストリアセテートもしくはセロース誘導体からなることを特徴とする前記 1 1 ~ 1 4 のいずれか 1 項記載の光学フィルムの製造方法。

(16) 透明樹脂フィルム上に下層とその上に膜厚  $15 \mu m$  以下の上層を塗設して少なくとも片側に 2 層以上の透明樹脂層を塗設する際に、上層の膜厚に相当する粒子径以上の大きさを有する異物が実質的に含まれないようとしたことを特徴とする下層の塗布組成物。

(17) 透明樹脂フィルム上に下層とその上に膜厚  $15 \mu m$  以下の活性線硬化樹脂からなる上層を塗設して少なくとも片側に 2 層以上の透明樹脂層を塗設した光学フィルムを製造するための下層用塗布組成物において、上層の膜厚に相当する大きさの粒子径より大きな異物が 5 個/ $100 m^2$  以下としたことを特徴とする下層用塗布組成物。

(18) 透明樹脂フィルム上に下層とその上に膜厚  $15 \mu m$  以下の上層を塗設して少なくとも片側に 2 層以上の透明樹脂層を塗設する際に用いられる上層用の塗布組成物において、塗布組成物に含まれる溶媒が蒸発した後の該塗布組成物の表面張力が  $36 \times 10^{-3} N/m$  以下であることを特徴とする上層用塗布組成物。

(19) 塗布組成物が少なくとも活性線硬化樹脂と溶媒からなり、該塗布組成物の表面張力が  $26 \times 10^{-3} N/m$  以下であり、かつ該塗布組成物から溶媒が蒸発した後の表面張力が  $36 \times 10^{-3} N/m$  以下であることを特徴とする前記 1 8 記載の上層用塗布組成物。

(20) 2 枚の透明樹脂フィルムで偏光膜をサンドイッチして作られた偏光板において、使用される透明樹脂フィルムの少なくとも一方が、前記 1 ~ 10 項のいずれか 1 項記載の光学フィルムであることを特徴とする偏光板。

【0005】以下、本発明を詳細に説明する。本発明において上層の膜厚に相当する高さよりも大きな凸部が下層塗布面に実質的に含まれないとは、下層、上層が塗布されたフィルム表面を 10 倍のルーペで観察した際に、凸部が 5 個/ $m^2$  以下である場合をさす。また、本発明でいう凸部とは、フィルム自体に由来する突起や、フィルム上に存在する異物など、フィルムの表面の平面性に影響を与えるものをさす。透明樹脂フィルムの片側に 2 層以上の透明樹脂層を設ける場合、異物故障の数が多くなってしまうという問題があった。そこで、この問題を

解決するために鋭意検討を重ねた結果、異物故障が起っているのは上層であるにも関わらず、下層塗布組成物が原因で異物故障数を増加させていたことが判明した。すなわち、下層塗布組成物に微細なゴミ（異物）が含まれていると上層を塗設した際に大きな異物故障となっていたのである。ゴミ（異物）の侵入経路は完全に特定されない場合もあるが、1 つは調液、塗布工程で他の製品と共にしている場合、調液あるいは塗布関連機器や配管内部の洗浄不足による汚染などが原因の 1 つにあげられる。

【0006】異物故障の発生メカニズムは完全に特定されてはいないが、上層の透明樹脂層を塗設する際に、下層の透明樹脂層上に上層の膜厚に相当する大きさよりも大きなゴミもしくは凸部が存在するとその周囲に樹脂が盛り上がるよう付くため、反射光もしくは透過光による観察の際に光の屈折のため目視ではより大きな異物故障として見えてしまうことが判明した。特に上層の塗布膜厚に相当する粒子径よりも大きな異物（ゴミ）が存在すると直径  $100 \mu m$  の異物故障として見えてしまうため、商品価値を著しく低下させてしまう。本発明では、下層の塗布組成物から実質的にこれらの異物を取り除くことによって、上層を重層しても異物故障の極めて少ない高品質な透明樹脂フィルムを提供することができた。異物を取り除くには上層の膜厚に相当する粒子径における捕捉効率が 99% 以上の濾過手段を用いることが好ましい。あるいは、該粒子径以上の粒子を完全に捕捉可能なアブソリュートタイプのフィルターを使用することが望まれる。単一のフィルターを使用しても良いし、複数のフィルターを組み合わせてもよい。そして、特に下層に微粒子を含む場合、分散不良あるいはコンタミによる異物の混入、凝集などにより、ゴミ（異物）が含まれるケースが多いが、このようなケースでは、著しい効果が認められる。しかしながら、あまり細かいフィルターを選定すると添加した微粒子を捕捉してしまうため、適切なフィルターの選択が必要である。

【0007】又、下層塗布層においては中心線表面粗さ  $R_a$  が  $30 nm$  以下であることが平滑な上層を塗設するために極めて有効であることも確認された。表面粗さは光干渉式表面粗さ測定器で測定することが望ましい。測定長さは  $5 mm$  以上であることが望ましく、更に  $1 \mu m$  以下の分解能で、 $0.05 mm^2$  ( $0.2 mm \times 0.25 mm$ ) 以上の面積について測定することが好ましい。このときの  $R_a$  が  $30 nm$  以下、特に好ましくは  $20 nm$  以下であることが望ましい。

【0008】特にこれらの効果は上層の膜厚が  $15 \mu m$  以下のときに顕著であり、さらに上層に活性線硬化樹脂（例えば紫外線硬化樹脂）を用いる場合、大きな効果が認められた。表面粗さを低く保つためには、使用する樹脂が均一でゲル状の異物を含んでいないか取り除いて使用したり、溶解性が良好な溶媒を選択したりするなどの

注意が必要である。特に微粒子を添加している場合は、凝集などがおこらないようにしなければならない。あるいは塗布方法についても適切な選択が必要であり、例えばグラビアコーティングあるいはワイヤーバーを使用すると筋状の模様が入る場合があり、このような場合は押し出しコーティングあるいはリバースコーティングなどを用いることが望ましい。

【0009】本発明の別の態様では、上層の塗布組成物において、溶媒が蒸発した後の表面張力が $36 \times 10^{-3}$  N/m以下の塗布組成物を用いることによって、さらに異物が少なくなることが確認された。さらに好ましくは、上層の溶媒を含む塗布組成物の表面張力が $26 \times 10^{-3}$  N/m以下である塗布組成物を用いることによって、目視での異物が減少しさらに好ましい結果が得られることが確認された。

【0010】本発明で用いられる透明樹脂フィルムは特に限定はされないが、例えば、ポリエステルフィルム、ポリエチレンフィルム、ポリプロピレンフィルム、セロファン、セルロースジアセテートフィルム、セルロースアセテートブチレートフィルム、セルロースアセテートプロピオネートフィルム、セルローストリアセテート等のセルロースエステルフィルムあるいはセルロース誘導体からなるフィルム、ポリ塩化ビニリデンフィルム、ポリビニルアルコールフィルム、エチレンビニルアルコールフィルム、シンジオタクティックポリスチレン系フィルム、ポリカーボネートフィルム、ノルボルネン樹脂系フィルム、ポリメチルベンテンフィルム、ポリエーテルケトンフィルム、ポリエーテルスルホンフィルム、ポリスルホン系フィルム、ポリエーテルケトニミドフィルム、ポリアミドフィルム、フッ素樹脂フィルム、ナイロンフィルム、ポリメチルメタクリレートフィルム、アクリルフィルムあるいはポリアリレート系フィルム等を挙げることができるが、本発明には、セルローストリアセテートフィルム(TACフィルム)、ポリカーボネート(以下PCと略すことがある)フィルム、シンジオタクティックポリスチレン系フィルム、ポリアリレート系フィルム、ノルボルネン樹脂系フィルム及びポリスルホン系フィルムが透明性、機械的性質、光学的異方性がない点など好ましく、特にTACフィルム及びPCフィルムが、それの中でも、製膜性が容易で加工性に優れているため好ましく用いられ、特にTACフィルムを使用する場合、著しい効果が認められた。

【0011】次に、TACフィルムの製膜法について述べる。TACフィルムは一般的に、TACフレーク原料及び可塑剤をメチレンクロライドに溶解して粘稠液とし、これに可塑剤を溶解してドープとなし、エクストラーダイスから、エンドレスに回転するステンレス等の金属ベルト(バンドともいう)上に流延して、乾燥させ、生乾きの状態でベルトから剥離し、ロール等の搬送装置により、両面から乾燥させて巻き取り、作られ

る。PCフィルムについてもTACフィルムと同様に製膜することが出来る。

【0012】なお、巻き取られたTAC又はPCフィルムは次ぎの塗布工程で帯電防止塗布液組成物等が塗布されるが、一般的には一つの塗布が終わる毎に巻き取り、また次ぎの塗布を行うというように断続的に塗布を行っている。この方法であると、収率が落ちたり、輸送コストがかかったり、フィルムを痛めやすいという欠点があった。本発明者らは一つの工程内で連続して色々な塗布液組成物を次々と塗布を行うことにより、収率が上がり、コストが安くなり、フィルムの損傷もなく、フィルムとの接着性あるいは塗布層間の接着性がより優れていることを見出し、連続塗布方式の方が好ましいことを見いだした。更に、TAC又はPCフィルムの製膜のラインと塗布ラインとを結合させるいわゆるインライン塗布(製膜と塗布が同一ライン内にある)は収率、コスト、接着性などが、より優れているを見いだした。したがって、本発明のように、多種類の塗布を行うには、断続的な塗布よりも連続塗布方式が好ましく、特に連続方式よりもインライン方式の方が好ましい。

【0013】上記可塑剤には、トリフェニルホスフェート、ビフェニルジフェニルホスフェート、ジメチルエチルホスフェート、エチルフタリルエチルグリコレート等が好ましく用いられるが、可塑剤はTACフィルムの耐水性を付与するのに、重要な素材であるが、偏光板用保護フィルムには出来るだけ少量の添加が好ましい。可塑剤の添加量は2~15質量%が好ましく、更に4~11質量%が好ましい。PCフィルムには上記可塑剤は一般的に不要であるが、添加してもかまわない。

【0014】また、本発明に有用なTAC又はPCフィルム中に、紫外線吸収剤を含有させることによって、耐光性に優れた偏光板用保護フィルムを得ることが出来る。本発明に有用な紫外線吸収剤としては、サリチル酸誘導体(UV-1)、ベンゾフェノン誘導体(UV-2)、ベンゾトリアゾール誘導体(UV-3)、アクリロニトリル誘導体(UV-4)、安息香酸誘導体(UV-5)又は有機金属錯塩(UV-6)等があり、それぞれ(UV-1)としては、サリチル酸フェニル、4-t-ブチルフェニルサリチル酸等を、(UV-2)としては、2-ジヒドロキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン等を、(UV-3)としては、2-(2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニル)-ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-3'-5'-ジーブチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール等を、(UV-4)としては、2-エチルヘキシル-2-シアノ-3、3'-ジフェニルアクリレート、メチル-α-シアノ-β-(p-メトキシフェニル)アクリレート等を、(UV-5)としては、レゾルシノールモノベンゾエート、2'、4'、4'-ジ-t-ブチルフェニル-3、5-t-ブチル-4-ヒドロキシベ

ンゾエート等を、(UV-6)としては、ニッケルビス-オクチルフェニルサルファミド、エチル-3,5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシベンジルリン酸のニッケル塩等を挙げることができる。

【0015】又、透明フィルムを製造する際のドープに滑り性を改善するためシリカ等の微粒子(0.01~0.2 μm)を0.01~0.1質量%添加することもできる。

【0016】本発明の透明樹脂層形成用組成物は、光学フィルムに表面加工するための透明樹脂層を塗設するために使用される。この表面加工としては例えばプロッキング防止加工、防眩加工、反射防止加工、クリアハード加工、帯電防止加工、カール防止加工、易接着加工等が挙げられるが、特にこれらに限定されるものではない。ここでクリアハード加工とは透明樹脂フィルムの表面に耐摩擦性、耐薬品性等の耐久性を付与するものであり、具体的には後述する活性線硬化樹脂層を設けることによる方法が好ましいものとして挙げられる。

【0017】本発明の光学フィルム上の透明樹脂層とは、熱可塑性樹脂、活性線硬化性樹脂、熱硬化性樹脂、その他の樹脂を主たる成分とする層である。

【0018】本発明の片側に2層以上の透明樹脂層を形成する光学フィルムとしては、下記の例があげられるが、特にこれらに限定されるものではない。

【0019】クリアハード層(上層)／帯電防止層(下層)／透明樹脂フィルム／プロッキング防止層  
クリアハード層(上層)／下引き層(下層)／透明樹脂フィルム／プロッキング防止層  
クリアハード層／透明樹脂フィルム／帯電防止層(下層)／易接着層(上層)

2層以上の透明樹脂層を形成する光学フィルムにおける異物の問題は上層の膜厚が薄いほど、そして上層に対して下層の膜厚が薄いほど異物が出やすい傾向があり、特に上層の膜厚が1.5 μm以下、下層の膜厚が1 μm以下のとき異物の問題が出やすく、本発明はこのような構成の透明樹脂層を形成する光学フィルムにおいてより効果的である。さらに、本発明の異物低減効果は特に上層に活性線硬化樹脂層を設ける際に顕著な効果が認められている。

【0020】本発明の下層の塗布組成物についてさらに帯電防止層に適用した例で説明する。

【0021】帯電防止加工とは、透明樹脂フィルムの取扱の際に、この樹脂フィルムが帯電するのを防ぐ機能を付与するものであり、具体的には、イオン導電性物質や導電性微粒子を含有する層を設けることによって行う。ここでイオン導電性物質とは電気伝導性を示し、電気を運ぶ担体であるイオンを含有する物質のことであるが、例としてはイオン性高分子化合物を挙げることができる。

【0022】イオン性高分子化合物としては、特公昭4

5-23828号、同49-23827号、同47-28937号にみられるようなアニオン性高分子化合物；特公昭55-734号、特開昭50-54672号、特公昭59-14735号、同57-18175号、同57-18176号、同57-56059号などにみられるような、主鎖中に解離基をもつアイオネン型ポリマー；特公昭53-13223号、同57-15376号、特公昭53-45231号、同55-145783号、同55-65950号、同55-67746号、同57-11342号、同57-19735号、特公昭58-56858号、特開昭61-27853号、同62-9346号にみられるような、側鎖中にカチオン性解離基をもつカチオン性ペンドント型ポリマー；等を挙げることができる。また、導電性微粒子の例としては導電性を有する金属酸化物が挙げられる。金属酸化物の例としては、ZnO、TiO<sub>2</sub>、SnO<sub>2</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiO<sub>2</sub>、MgO、BaO、MoO<sub>3</sub>、V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>等、或いはこれらの複合酸化物が好ましく、特にZnO、TiO<sub>2</sub>及びSnO<sub>2</sub>が好ましい。異種原子を含む例としては、例えばZnOに対してはAl、In等の添加、TiO<sub>2</sub>に対してはNb、Ta等の添加、又SnO<sub>2</sub>に対しては、Sb、Nb、ハロゲン元素等の添加が効果的である。これら異種原子の添加量は0.01mol%~2.5mol%の範囲が好ましいが、0.1mol%~1.5mol%の範囲が特に好ましい。

【0023】また、これらの導電性を有する金属酸化物粉体の体積抵抗率は10<sup>7</sup> Ω cm以下特に10<sup>6</sup> Ω cm以下であって、1次粒子径が100 Å以上0.2 μm以下で、高次構造の長径が300 Å以上6 μm以下である特定の構造を有する粉体を導電層に体積分率で0.01%以上20%以下含んでいることが好ましい。

【0024】特に好ましくは、特開平9-203810号に記載されているアイオネン導電性ポリマーあるいは分子間架橋を有する第4級アンモニウムカチオン導電性ポリマーなどを含有することが望ましい。

【0025】架橋型カチオン性導電性ポリマーの特徴は、得られる分散性粒状ポリマーにあり、粒子内のカチオン成分を高濃度、高密度に持たせることができるために、優れた導電性を有しているばかりでなく、低い相対湿度下においても導電性の劣化は見られず、粒子同志も分散状態ではよく分散されているにもかかわらず、塗布後造膜過程において粒子同志の接着性もよいため膜強度も強く、また他の物質例えば支持体にも優れた接着性を有し、耐薬品性に優れている。

【0026】帯電防止層に用いられる架橋型のカチオン性導電性ポリマーである分散性粒状ポリマーは一般に約0.01 μm~0.3 μmの粒子サイズ範囲にあり、好ましくは0.05 μm~0.08 μmの範囲の粒子サイズが用いられる。ここで用いている“分散性粒状性ポリマー”的語は、視覚的観察によって透明またはわずかに

濁った溶液に見えるが、電子顕微鏡の下では粒状分散物として見えるポリマーである。本発明では下層塗布組成物に上層の膜厚に相当する粒子径よりも大きなゴミ（異物）が実質的に含まれない塗布組成物を用いることによって、上層の異物故障を防止するものである。

【0027】具体例をあげると透明樹脂フィルム上に帯電防止層とその上にクリアハードコート層を設ける場合で説明するが、特にこれに限定されるものではない。帯電防止層はイオン導電性微粒子や導電性微粒子を含み、これらの粒子サイズが $0.1 \sim 0.2 \mu\text{m}$ のものが好ましく用いられる。これを膜厚 $0.2 \mu\text{m}$ で塗布した上にクリアハードコート層が設けられる。クリアハードコート層の膜厚が $3 \mu\text{m}$ とした場合、本発明の製造方法では下層である帯電防止層の塗布組成物が $3 \mu\text{m}$ 以上の粒子径を有するゴミ（異物）を含まないことによって、クリアハードコート層の異物故障を防止する。具体的には、粒子径 $3 \mu\text{m}$ における粒子捕捉効率が99%以上、より好ましくは $3 \mu\text{m}$ のアブソリュートタイプのフィルターもしくはそれより細かいフィルターを使用して濾過した下層の塗布組成物を用いて塗布、乾燥させ、その上に上層を塗設するものである。使用するフィルターは細かいほどゴミ（異物）を除去することができるが、帯電防止層のように微粒子を添加している場合は、これが捕捉されてしまうと好ましくない。そこで、添加した微粒子の体積平均粒子径と、その標準偏差（SD）を粒度分布測定等により求める。そして、体積平均粒子径+3 SDに相当する粒子径におけるそのフィルターの捕捉効率を確認し、その捕捉効率が30%以下（70%以上は通過する。）であることが好ましく、さらに10%以下（90%以上は通過する。）であるフィルターを使用することが望ましい。

【0028】標準偏差が求められない場合は、粒子径ごとの頻度分布と通過分積算%から添加した粒子の99.9%分に相当する粒子径を代用してもよい。例えば、上記の例の場合、 $3 \mu\text{m}$ における粒子捕捉効率が99%以上、より好ましくは $3 \mu\text{m}$ のアブソリュートタイプのフィルターより細かいフィルターでかつ、体積平均粒子径が $0.15 \mu\text{m}$ で添加した微粒子の99.9%が $0.5 \mu\text{m}$ 以下の状態で分散されれば、 $0.5 \mu\text{m}$ における粒子捕捉効率が30%以下であるフィルター選定するなど実用上好ましく用いることができる。さらに好ましくは $0.5 \mu\text{m}$ における粒子捕捉効率が10%以下であるフィルター選定するとなお好ましい。このような目的にはサーフェイスタイプのフィルターが好ましく用いられる。この様な目的に用いられるフィルタとしては、アドバンテック製TCP-LX, JX, HX, FXあるいはTCPD-02A, 03A, 05A-1, -3などから、あるいは他メーカーのフィルターから使用条件にあわせて適宜選択、あるいは組み合わせて使用することができる。

【0029】帯電防止層に用いられる透明樹脂バインダーとしては、セルロースジアセテート、セルローストリアセテート、セルロースアセテートブチレート、セルロースアセテートフタレート、セルロースアセテートプロピオネート、又はセルロースナイトレート等のセルロース誘導体、ポリカーボネート、ポリブチレンテレフタレート、又はコポリブチレン-テレ/イソフタレート等のポリエステル、ポリビニルホルマール、ポリビニルアセタール、ポリビニルブチラール、又はポリビニルベンザール等のポリビニルアルコール誘導体、ノルボルネン化合物を含有するノルボルネン系ポリマー、ポリメチルメタクリレート等を用いることが出来るが特にこれらに限定されるものではない。

【0030】帯電防止層の塗布組成物として使用できる有機溶媒としては、メタノール、エタノール、プロパン、n-ブタノール、2-ブタノール、t-ブタノールなどのアルコール類、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、アセトンなどのケトン類、酢酸エチル、酢酸メチル、乳酸エチル、酢酸イソプロピル、酢酸アミル、酪酸エチルなどのエステル類、グリコールエーテル類（プロピレングリコールモノ（C1～C4）アルキルエーテル（具体的にはプロピレングリコールモノメチルエーテル（PGME）、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノ-n-プロピルエーテル、プロピレングリコールモノイソプロピルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテル等）、プロピレングリコールモノ（C1～C4）アルキルエーテルエステル（プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノエチルエーテルアセテート））、その他の溶媒などがあげられる。特にこれらに限定されるものではないが、これらを適宜混合した溶媒が好ましく用いられる。

【0031】本発明の塗布組成物を塗布する方法は、ドクターコート、エクストルージョンコート、スライドコート、ロールコート、グラビアコート、ワイヤーバーコート、リバースコート、カーテンコート、押し出しコートあるいは米国特許2,681,294号明細書に記載のホッパーを使用するエクストルージョンコート方法等により塗布することが出来る。

【0032】本発明では下層の塗布面の中心線表面粗さR<sub>a</sub>を規定することにより、上層が平滑で均一な透明樹脂フィルムも提供する。下層の塗布面の中心線表面粗さR<sub>a</sub>が30 nm以下である下層上に上層を設けることによって、平滑で均一な上層を得ることができたのである。中心線表面粗さR<sub>a</sub>は光学式表面粗さ計などによって測定することが望ましい。

【0033】さらに本発明の塗布組成物についてクリアハードコート加工のための活性線硬化性樹脂層の例について説明する。活性線硬化樹脂層とは紫外線や電子線のような活性線照射により架橋反応などを経て硬化する樹

脂を主たる成分とする層をいう。活性線硬化樹脂としては紫外線硬化性樹脂や電子線硬化性樹脂などが代表的なものとして挙げられるが、紫外線や電子線以外の活性線照射によって硬化する樹脂でもよい。紫外線硬化性樹脂としては、例えば、紫外線硬化型アクリルウレタン系樹脂、紫外線硬化型ポリエステルアクリレート系樹脂、紫外線硬化型エポキシアクリレート系樹脂、紫外線硬化型ポリオールアクリレート系樹脂、又は紫外線硬化型エポキシ樹脂等を挙げることが出来る。

【0034】紫外線硬化型アクリルウレタン系樹脂は、一般にポリエステルポリオールにイソシアネートモノマー、もしくはプレポリマーを反応させて得られた生成物に更に2-ヒドロキシエチルアクリレート、2-ヒドロキシエチルメタクリレート（以下アクリレートにはメタクリレートを包含するものとしてアクリレートのみを表示する）、2-ヒドロキシプロピルアクリレート等の水酸基を有するアクリレート系のモノマーを反応させることによって容易に得ることが出来る（例えば特開昭59-151110号）。

【0035】紫外線硬化型ポリエステルアクリレート系樹脂は、一般にポリエステルポリオールに2-ヒドロキシエチルアクリレート、2-ヒドロキシアクリレート系のモノマーを反応させることによって容易に得ることが出来る（例えば、特開昭59-151112号）。

【0036】紫外線硬化型エポキシアクリレート系樹脂の具体例としては、エポキシアクリレートをオリゴマーとし、これに反応性希釈剤、光反応開始剤を添加し、反応させたものを挙げることが出来る（例えば、特開平1-105738号）。この光反応開始剤としては、ベンゾイン誘導体、オキシムケトン誘導体、ベンゾフェノン誘導体、チオキサントン誘導体等のうちから、1種もしくは2種以上を選択して使用することが出来る。

【0037】また、紫外線硬化型ポリオールアクリレート系樹脂の具体例としては、トリメチロールプロパントリニアクリレート、ジトリメチロールプロパンテトラアクリレート、ペンタエリスリトールトリニアクリレート、ペンタエリスリトールテトラアクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート、アルキル変性ジペンタエリスリトールペンタアクリレート等を挙げることが出来る。これらの樹脂は通常公知の光増感剤と共に使用される。また上記光反応開始剤も光増感剤としても使用出来る。具体的には、アセトフェノン、ベンゾフェノン、ヒドロキシベンゾフェノン、ミヒラーケトン、 $\alpha$ -アミロキシムエステル、テトラメチルウラムモノサルファイド、チオキサントン等及びこれらの誘導体を挙げることが出来る。また、エポキシアクリレート系の光反応剤の使用の際、n-ブチルアミン、トリエチルアミン、トリ-n-ブチルホスフィン等の増感剤を用いることが出来る。紫外線硬化性樹脂組成物に用いられる光反応開始剤又光増感剤は該組成物100質量部に対して0.1~1

5質量部であり、好ましくは1~10質量部である。

【0038】紫外線硬化性樹脂を光硬化反応により硬化皮膜層を形成するための光源としては、紫外線を発生する光源であればいずれでも使用出来る。例えば、低圧水銀灯、中圧水銀灯、高圧水銀灯、超高压水銀灯、カーボンアーク灯、メタルハライドランプ、キセノンランプ等を用いることが出来る。照射条件はそれぞれのランプによって異なるが、照射光量は20~10000mJ/cm<sup>2</sup>程度あればよく、好ましくは、50~2000mJ/cm<sup>2</sup>である。近紫外線領域から可視光線領域にかけてはその領域に吸収極大のある増感剤を用いることによって使用出来る。

【0039】この硬化皮膜層に、液晶表示装置パネルの表面に防眩性を与えるために、また他の物質との対密着性を防ぐ性質を与えるために、対擦り傷性等のために無機あるいは有機のマット剤を加えることもできる。例えば、無機粒子としては酸化ケイ素、酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化錫、酸化亜鉛、炭酸カルシウム、硫酸バリウム、タルク、カオリン、硫酸カルシウム等を挙げることができ、また有機粒子としては、ポリメタアクリル酸メチルアクリレート樹脂粉末、アクリルスチレン系樹脂粉末、ポリメチルメタクリレート樹脂粉末、シリコン系樹脂粉末、ポリスチレン系樹脂粉末、ポリカーボネット樹脂粉末、ベンゾグアナミン系樹脂粉末、メラミン系樹脂粉末、ポリオレフィン系樹脂粉末、ポリエステル系樹脂粉末、ポリアミド系樹脂粉末、ポリイミド系樹脂粉末、あるいはポリ弗化エチレン系樹脂粉末等紫外線硬化性樹脂組成物に加えることが出来る。これらの粒子粉末の平均粒径としては、0.01μm~10μmであり、紫外線硬化樹脂組成物と微粒子粉末との割合は、樹脂組成物100質量部に対して、0.1~20質量部となるように配合することが望ましい。防眩効果を付与するには、平均粒径0.1~1μm、樹脂組成物100質量部に対して1~15質量部が好適である。

【0040】また更に、ブロッキング防止機能を果たすものとして、上述したのと同じ成分で、体積平均粒径0.005~0.1μmの粒子を樹脂組成物100質量部に対して0.1~5質量部、併せて用いることもできる。

【0041】帯電防止層の上に、該紫外線硬化性樹脂組成物を塗設することで、透明樹脂フィルムに帯電防止加工とクリアハード加工することができる。本発明の上層用の塗布組成物としては、溶媒としてプロピレングリコールモノ(C1~C4)アルキルエーテル及び/又はプロピレングリコールモノ(C1~C4)アルキルエーテルエステルを5質量%以上、より好ましくは5~80質量%含有する。プロピレングリコールモノ(C1~C4)アルキルエーテルとしては具体的にはプロピレングリコールモノメチルエーテル(PGME)、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコール

モノ-*n*-プロピルエーテル、プロピレングリコールモノイソプロピルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテルなどがあげられる。又、プロピレングリコールモノ(C1~C4)アルキルエーテルエステルとしては特にプロピレングリコールモノアルキルエーテルアセテートがあげられ、具体的にはプロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノエチルエーテルアセテートなどがあげられる。プロピレングリコールモノ(C1~C4)アルキルエーテル及び/又はプロピレングリコールモノ(C1~C4)アルキルエーテルエステルと混合されて使用される溶媒としてはメタノール、エタノール、プロパノール、*n*-ブタノール、2-ブタノール、*t*-ブタノール、シクロヘキサンオールなどのアルコール類、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、アセトンなどのケトン類、酢酸エチル、酢酸メチル、乳酸エチル、酢酸イソブロピル、酢酸アミル、酪酸エチルなどのエステル類、トルエン、キシレン等の炭化水素類、その他の溶媒などがあげられる。或いは、これらの溶媒が、適宜混合されて用いられる。混合される溶媒としては、特にこれらに限定されるものではない。

【0042】上記有機溶媒は紫外線照射前に蒸発させるため、乾燥工程を必要とする。ところで、下記の如き樹脂モノマーは溶媒としても機能するが、硬化後、紫外線硬化性樹脂と共に樹脂内に固形分として留まり透明樹脂層を形成する成分であり、本発明の塗布組成物における溶媒には含めない。

【0043】樹脂モノマーとしては、例えば、不飽和二重結合が一つのモノマーとして、メチルアクリレート、エチルアクリレート、ブチルアクリレート、酢酸ビニル、ベンジルアクリレート、シクロヘキシルアクリレート、スチレン等の一般的なモノマーを挙げることが出来る。また不飽和二重結合を二つ以上持つモノマーとして、エチレングリコールジアクリレート、プロピレングリコールジアクリレート、ジビニルベンゼン、1,4-シクロヘキサンジアクリレート、1,4-シクロヘキシリジメチルアジアクリレート、前出のトリメチロールプロパントリニアクリレート、ペンタエリスリトールテトラアクリルエステル等を挙げができる。

【0044】本発明の塗布組成物は固形分濃度は10~40%質量%であることが好ましく、塗布方法により適当な濃度が選ばれる。

【0045】これらの上層用である塗布組成物は、溶媒が蒸発した後の表面張力で $36 \times 10^{-3}$ N/m以下であることが好ましく。乾燥、紫外線照射等による硬化後の上層面の異物故障が少なくなった。これは、異物故障の核となるゴミが下層上にあっても、表面張力が $36 \times 10^{-3}$ N/m以下であると上層を形成する樹脂がよりにくくなり、結果として異物故障がより小さく見えることによるものと思われる。さらに溶媒を含む塗布時の表面張

力で $26 \times 10^{-3}$ N/m以下であると塗布性もよくなりさらに好ましい効果が得られた。表面張力の測定は塗布組成物をJIS K 3362に準拠して測定すればよい。

【0046】紫外線硬化性樹脂組成物塗布液の塗布方法としては、グラビアコーティング、スピナーコーティング、ワイヤーバーコーティング、ロールコーティング、リバースコーティング、押出コーティング、エアードクターコーティングとうる公知の方法を用いることが出来る。塗布量はウエット膜厚で0.1~30μmが適当で、好ましくは、0.5~15μmである。塗布速度は好ましくは10~40m/minで行われる。

【0047】紫外線硬化性樹脂組成物は塗布乾燥された後、紫外線を光源より照射するが、照射時間は0.5秒~5分がよく、紫外線硬化性樹脂の硬化効率、作業効率とから3秒~2分がより好ましい。

【0048】本発明に係る偏光板保護フィルム及び偏光板を装着した液晶パネルはパソコンやワープロのように室内で使用されるものばかりではなく、カーナビゲーションのように真夏の車内に放置される場合もあり、偏光板保護フィルムに耐光性や耐熱性が要求されることがある。そこで、紫外線硬化性樹脂組成物を含有する層に紫外線を照射し硬化させた硬化皮膜層の耐光性を高めるために、紫外線硬化性樹脂組成物の光硬化を妨げない程度に紫外線吸収剤を紫外線硬化性樹脂組成物に含ませてもよい。紫外線吸収剤としては、前記透明なプラスチックフィルムに含有させてもよい紫外線吸収剤と同様なものを用いることが出来る。

【0049】また硬化された層の耐熱性を高めるために、酸化防止剤を光硬化反応を抑制しないようなものを選んで用いることが出来る。例えば、ヒンダードフェノール誘導体、チオプロピオン酸誘導体、ホスファイト誘導体、等を挙げることが出来る。具体的には、例えば、4,4'-チオビス(6-*t*-3-メチルフェノール)、4,4'-ビチリデンビス(6-*t*-ブチル-3-メチルフェノール)、1,3,5-トリス(3,5-ジ-*t*-ブチル-4-ハイドロキシベンジル)イソシアヌレート、2,4,6-トリス(3,5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロオキシベンジル)メシチレン、ジーオクタデシル-4-ヒドロキシ-3,5-ジ-*t*-ブチルベンジルホスフェート等を挙げることが出来る。

【0050】ところで、フィルムの片面だけに表面加工を施した場合や、両面に異なる種類あるいは異なる程度の付加価値を付与するために表面加工を施した場合には、フィルムが丸まってしまうというカール現象が起こり易い。カールしてしまうとこれを用いて偏光板を作製する際に取扱いにくく不都合である。

【0051】このようなカールを防止することにより、カールによる不都合を解消し、かつ偏光板用保護フィルムとしての機能を損なわないようにするために、帯電防止層及び/又はハードコート層を塗設した反対側にアンチ

カール層を設けることが望まれる。すなわち、アンチカール層を設けた面を内側にして丸まろうとする性質を持たせることにより、カールの度合いをバランスさせるものである。なお、アンチカール層は好ましくはブロッキング層として塗設され、その場合、塗布組成物にはブロッキング防止機能を持たせるための前述の無機微粒子及び有機微粒子を含有させることができる。

【0052】アンチカール機能の付与は、具体的には偏光板用保護フィルムとして用いる透明樹脂フィルムを溶解させる溶媒又は膨潤させる溶媒を含む組成物を塗布することによって行われる。用いる溶媒としては、溶解させる溶媒及び／又は膨潤させる溶媒の混合物の他さらに溶解させない溶媒を含む場合もあり、これらを透明樹脂フィルムのカール度合や樹脂の種類によって適宜の割合で混合した組成物及び塗布量を用いて行う。

【0053】カール防止機能を強めたい場合は、用いる溶媒組成を溶解させる溶媒及び／又は膨潤させる溶媒の混合比率を大きくし、溶解させない溶媒の比率を小さくするのが効果的である。この混合比率は好ましくは（溶解させる溶媒及び／又は膨潤させる溶媒）：（溶解させない溶媒）=10:0~1:9で用いられる。このような混合組成物に含まれる、透明樹脂フィルムを溶解又は膨潤させる溶媒としては、例えば、ベンゼン、トルエン、キシレン、ジオキサン、アセトン、メチルエチルケトン、N,N-ジメチルホルムアミド、酢酸メチル、酢酸エチル、トリクロロエチレン、メチレンクロライド、エチレンクロライド、テトラクロロエタン、トリクロロエタン、クロロホルムなどがある。溶解させない溶媒としては、例えば、メタノール、エタノール、n-ブロピルアルコール、i-ブロビルアルコール、n-ブタノールなどがある。

【0054】これらの塗布組成物をグラビアコーティング、ディップコーティング、リバースコーティング、押し出しコーティング等がある。

### 実施例1

#### 〈透明樹脂フィルム1の作製〉

##### (ドープ組成物(イ))

セルローストリアセテート(酸化度61.0%)	100質量部
エチルフタリルエチルグリコレート	4質量部
2-[5-クロロ(2H)-ベンゾトリアゾール-2-イル]-4-メチル-6-(t-ブチル)-フェノール	1質量部
2-[(2H)-ベンゾトリアゾール-2-イル]-4,6-ジ-t-ベンチルフェノール	1質量部
メチレンクロライド	430質量部
メタノール	90質量部

上記組成物を密閉容器に投入し、加圧下で80°Cに保温し攪拌しながら完全に溶解した。

【0056】次にこのドープを濾過し、冷却して33°Cに保ちステンレスバンド上に均一に流延し、剥離が可能になるまで溶媒を蒸発させたところで、ステンレスバン

#### 〈透明樹脂フィルム2の作製〉

\*一等を用いて透明樹脂フィルムの表面にウェット膜厚1~100μmで塗布するのが好ましいが、特に5~30μmであると良い。ここで用いることのできる樹脂としては、例えば塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、塩化ビニル樹脂、酢酸ビニル樹脂、酢酸ビニルとビニルアルコールの共重合体、部分加水分解した塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、塩化ビニル-塩化ビニリデン共重合体、塩化ビニル-アクリロニトリル共重合体、エチレン-ビニルアルコール共重合体、塩素化ポリ塩化ビニル、エチレン-塩化ビニル共重合体、エチレン-酢酸ビニル共重合体等のビニル系重合体あるいは共重合体、ニトロセルロース、セルロースアセテートプロピオネート、ジアセチルセルロース、セルロースアセテートブチレート樹脂等のセルロース誘導体、マレイン酸および／またはアクリル酸の共重合体、アクリル酸エステル共重合体、アクリロニトリルスチレン共重合体、塩素化ポリエチレン、アクリロニトリル-塩素化ポリエチレンスチレン共重合体、メチルメタクリレート-ブタジエン-スチレン共重合体、アクリル樹脂、ポリビニルアセタール樹脂、ポリビニルブチラール樹脂、ポリエステルポリウレタン樹脂、ポリエーテルポリウレタン樹脂、ポリカーボネートポリウレタン樹脂、ポリエステル樹脂、ポリエーテル樹脂、ポリアミド樹脂、アミノ樹脂、スチレン-ブタジエン樹脂、ブタジエン-アクリロニトリル樹脂等のゴム系樹脂、シリコーン系樹脂、フッ素系樹脂等を挙げることができるが、これらに限定されるものではない。特に好ましくはジアセチルセルロースのようなセルロース系樹脂層である。

### 【0055】

【実施例】以下、本発明を実施例にて具体的に説明するが、本発明はこの実施例に限定されるものではない。まず、実施例で用いる各組成物等を説明する。

※ド上から剥離後、多数のロールで搬送させながら乾燥を終了させ膜厚80μmのフィルムを得た。

【0057】ステンレスバンドに接している面をb面とし、もう一方の面をa面とする。

## (ドープ組成物(ロ))

ポリカーボネート樹脂(粘度平均分子量4万、ビスフェノールA型)

2-(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ- <i>t</i> -ブチルフェニル)-ベンゾトリアゾール	100質量部
メチレンクロライド	1.0質量部
メタノール	430質量部
	90質量部

上記組成物を密閉容器に投入し、加圧下で80°Cに保温し攪拌しながら完全に溶解して、ドープ組成物(ロ)を得た。

【0058】次にこのドープ組成物(ロ)を濾過し、冷却して33°Cに保ち、ステンレスバンド上に均一に流延し、33°Cで5分間乾燥した。次に65°Cでレターディー

\*ヨン5nmになるように乾燥時間を調整し、ステンレスバンド上から剥離後、多数のロールで搬送させながら乾燥を終了させ膜厚80μmのポリカーボネートフィルムを得た。このとき、ステンレスバンドに接していた側をb面とし、その反対面をa面とする。

【0059】下記の組成物を調製した。

## 塗布組成物(1)又は(1')

ポリメチルメタアクリレート	0.5質量部
プロピレングリコールモノメチルエーテル	75質量部
メチルエチルケトン	20質量部
乳酸エチル	5質量部

また、この塗布組成物を1μmのアブソリュートフィル※※ターで濾過したものを塗布組成物(1')とした。

## 塗布組成物(2)又は(2')

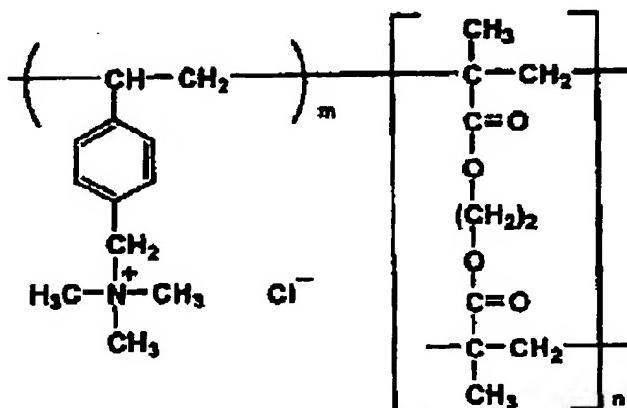
ポリメチルメタアクリレート	0.5質量部
プロピレングリコールモノメチルエーテル	65質量部
メチルエチルケトン	20質量部
乳酸エチル	5質量部
メタノール	10質量部

導電性ポリマー樹脂(1)(0.1~0.3μm粒子)

0.5質量部

★ ★ 【化1】

## 導電性ポリマー樹脂(1)



m:n = 93:7

【0060】また、この塗布組成物を3μm粒子捕捉効率が99%以上で、0.5μm以下の粒子捕捉効率が1☆☆0%以下のフィルターで濾過したものを塗布組成物(2')とした。

## 塗布組成物(3)

ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート単量体	7.0質量部
ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート2量体	15質量部
ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート3量体以上の成分	

ジエトキシベンゾフェノンUV開始剤	15質量部
シリコーン系界面活性剤(BYK-306(ビックケミジャパン社製)	2質量部
プロピレングリコールモノメチルエーテル	1質量部
メチルエチルケトン	75質量部
	75質量部

この組成物の表面張力は $25 \times 10^{-3} N/m$ であり、溶媒が蒸発した後の表面張力は $26 \times 10^{-3} N/m$ であった。(協和界面科学株式会社製CBVP-A3にて測\*)

#### 塗布組成物(4)(比較例)

ジペンタエリスリトールヘキサクリレート単量体	70質量部
ジペンタエリスリトールヘキサクリレート2量体	15質量部
ジペンタエリスリトールヘキサクリレート3量体以上の成分	15質量部
ジエトキシベンゾフェノンUV開始剤	2質量部
プロピレングリコールモノメチルエーテル	75質量部
メチルエチルケトン	75質量部

この組成物の表面張力は $28 \times 10^{-3} N/m$ であり、溶媒が蒸発した後の表面張力は $40 \times 10^{-3} N/m$ であった。※

#### 塗布組成物(5)

アセトン	72質量部
メタノール	18質量部
プロピレングリコールモノメチルエーテル	10質量部
ジアセチルセルロース	0.5質量部
2%アセトン分散超微粒子シリカエロジル200 (日本アエロジル(株)製)	0.1質量部

この塗布組成物を $3 \mu m$ のフィルターで濾過したものを塗布組成物(5)とした。

【0061】下記に従って、本発明の光学フィルム例1～3と比較例1～3を作製した。

(本発明の光学フィルム及び比較例の作製)透明樹脂フィルム1の作製の方法で作製したトリアセチルセルロースフィルムの片面(a面)に塗布組成物(5)をウェット膜厚 $13 \mu m$ となるように塗布し、 $80^\circ C$ に設定された乾燥部で乾燥して透明樹脂層(プロッキング層)を設けた。

【0062】さらに、片面(b面)に塗布組成物

(1)、(1')、(2)又は(2')をそれぞれウェット膜厚 $13 \mu m$ (乾燥膜厚約 $0.2 \mu m$ )となるように塗布し、 $80^\circ C$ に設定された乾燥部で乾燥して透明樹脂層(下引き層or帯電防止層)を設けた。b面下層の表面粗さを測定した結果、(1')Ra $10 nm$ 、

(2')Ra $14 nm$ に対して、(1)Ra $34 nm$ 、★

\*定した。)この塗布組成物を $1 \mu m$ のアブソリュートフィルターで濾過したものを塗布組成物(3)とした。

※た。この塗布組成物を $1 \mu m$ のアブソリュートフィルターで濾過したものを塗布組成物(4)とした。

★(2)Ra $39 nm$ であった。測定は、WYKO社製RST/PLUSを使用し、 $299.4 \mu m \times 222.4 \mu m$ の面積に対してRaを求めた。

【0063】その上に塗布組成物(3)又は(4)をウェット膜厚 $13 \mu m$ となるように塗布し、 $80^\circ C$ に設定された乾燥部で乾燥し、紫外線を $200 mJ/cm^2$ で照射して硬化させ、ドライ膜厚 $4 \mu m$ の透明樹脂層(クリアハードコート層)を設けた。このようにして、表1に示した本発明の光学フィルム例1～3と比較例1～3を作製した。

【0064】これらの試料について、光学フィルムの透明樹脂層上に目視にて確認できる $100 \mu m$ 以上の大さの異物及び $50 \sim 100 \mu m$ の大きさの異物を透過光及び反射光にて確認し、一定面積ごとの個数を確認した。その結果を表2に示す。◆

#### 【表1】

	本発明の例-1	本発明の例-2	本発明の例-3	比較例-1	比較例-2	比較例-3
b面上層	(3)	(3)	(4)	(3)	(3)	(4)
b面下層	(1')	(2')	(2')	(1)	(2)	(2)
a面	(5)	(5)	(5)	(5)	(5)	(5)

	本発明の例-1	本発明の例-2	本発明の例-3	比較例-1	比較例-2	比較例-3
異物数/ $\mu\text{m}^2$ (100 $\mu\text{m}^2$ )	0	0	1	12	18	34
異物数/ $\mu\text{m}^2$ (50~100 $\mu\text{m}$ )	0	0	3	31	39	68
ヘイズ (%)	0.0%	0.0%	0.0%	0.1%	0.2%	0.2%
審査性	○	○	○	○	○~△	○~△

【0066】このように本発明の組成物を用いて作製した本発明の光学フィルム例-1~3は比較例-1~3に對して異物数が少なくなることが確認された。さらに、本発明の上層の塗布組成物を用いることによって、さらに異物数を低減できることが確認された。又、本発明の光学フィルムは比較の光学フィルムと比べて、膜付き性も良好であり、ヘイズも0.1%以下で低いことが確認された。本発明の下層塗布組成物を塗設した本発明の光学フィルム例-1~3の下層表面を光学顕微鏡にて観察したところ、直径4  $\mu\text{m}$ 以上の異物は認められなかつたのに対し、同様に比較例-1~3の下層表面を光学顕微鏡にて観察したところ、下層表面に直径4~10  $\mu\text{m}$ 程度の異物が認められた。

#### 実施例2

下記に従って、本発明の光学フィルム例-4~5と比較例-4~5を作製した。

〈本発明の光学フィルム及び比較例の作製〉透明樹脂フ\*

	本発明の例-4	本発明の例-5	比較例-4	比較例-5
b面 上層	(3)	(4)	(3)	(4)
b面 下層	(2')	(2')	(2)	(2)

【0068】◆

※30※【表4】

	本発明の例-4	本発明の例-5	比較例-4	比較例-5
異物数/ $\mu\text{m}^2$ (100 $\mu\text{m}^2$ )	0	1	15	21
異物数/ $\mu\text{m}^2$ (50~100 $\mu\text{m}$ )	0	3	32	46

【0069】このように本発明の組成物を用いて作製した本発明の光学フィルム例-4~5は比較例-4~5に對して異物数が著しく少なくなることが確認された。

#### 実施例3

〈偏光板としての評価〉本発明の例-2あるいは比較例-2の透明樹脂フィルムを偏光板用保護フィルムとして下記の方法に従って偏光板を作製した。厚さ120  $\mu\text{m}$ のポリビニルアルコールフィルムをヨウ素1部、ヨウ化カリウム2部、ホウ酸4部を含む水溶液に浸漬し50℃で4倍に延伸し偏光膜を得た。

【0070】下記1.~5.の工程で、偏光膜と偏光板用保護フィルムとをはり合わせて偏光板を作製した。

〈偏光板の作製方法〉

1. 長手方向30 cm、巾手方向18 cmに切り取った 50

\*イルム2の作製の方法で作製したポリカーボネートフィルムの片面(b面)に塗布組成物(2)又は(2')をそれぞれウェット膜厚13  $\mu\text{m}$ となるように塗布し、80℃に設定された乾燥部で乾燥して透明樹脂層(帯電防止層)を設けた。その上に塗布組成物(3)又は(4)をウェット膜厚13  $\mu\text{m}$ となるように塗布し、80℃に設定された乾燥部で乾燥し、紫外線を150 mJ/cm<sup>2</sup>で照射し硬化させて、ドライ膜厚4  $\mu\text{m}$ の透明樹脂層(クリアハードコート層)を設けた。このようにして、表3に示した本発明の光学フィルム例-4~5と比較例-4~5を作製した。

【0067】これらの試料について、光学フィルムの透明樹脂層上に目視にて確認できる100  $\mu\text{m}$ 以上の大きさの異物及び50~100  $\mu\text{m}$ の大きさの異物を透過光及び反射光にて確認し、一定面積ごとの個数を確認した。その結果を表4に示す。◆

【表3】

保護フィルム試料2枚を2mol/lの水酸化ナトリウム溶液に60℃で2分間浸漬し、さらに水洗、乾燥させた。

40 2. 保護フィルム試料と同サイズの上記偏光膜を固形分2質量%のポリビニルアルコール接着剤槽中に1~2秒間浸漬する。

3. 上記2.の偏光膜に付着した過剰の接着剤を軽く取り除き、上記1.の保護フィルム試料のb面上にのせて、さらに上記1.と同一の試料フィルムのb面と接着剤とが接する様に積層し配置する。

4. ハンドローラで上記3.で積層された偏光膜と保護フィルムとの積層物の端部から過剰の接着剤及び気泡を取り除きはり合わせる。ハンドローラは約19~29 N/cm<sup>2</sup>の応力をかけて、ローラスピードは約2 m/m

inとした。5. 80°Cの乾燥器中に4. 得た試料を2分間放置した。

【0071】このようにして各々5枚作製した偏光板について、目視による故障を確認したところ、本発明の例-2の透明樹脂フィルムを使用した偏光板は5枚とも故障は認められず、液晶ディスプレイなどの画像表示装置用の偏光板として優れていることが確認された。一方、\*

\*比較例-2の透明樹脂フィルムを使用した偏光板は5枚のうち3枚には故障が認められた。

【0072】

【発明の効果】本発明により、透明樹脂フィルム上に片面に2層以上の透明樹脂層を形成する際に、塗布乾燥課程で発生する異物故障の発生を抑制し、光学フィルムとしての性能を向上させることができた。

フロントページの続き

(51) Int. Cl.<sup>7</sup> 識別記号  
G 02 B 1/10  
G 02 F 1/1335 510

F I テーマコード<sup>\*</sup> (参考)  
G 02 F 1/1335 510  
G 02 B 1/10 Z

(72) 発明者 清水 邦夫  
東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会  
社内